

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-284596

(P2002-284596A)

(43) 公開日 平成14年10月3日 (2002. 10. 3)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	ターム(参考)
C 3 0 B 29/06	5 0 2	C 3 0 B 29/06	5 0 2 B 4 G 0 1 4
C 0 3 B 20/00		C 0 3 B 20/00	A 4 G 0 7 7
			G
			H
C 3 0 B 15/10		C 3 0 B 15/10	
審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 5 頁)			

(21) 出願番号 特願2001-91788(P2001-91788)

(22) 出願日 平成13年3月28日 (2001. 3. 28)

(71) 出願人 592176044

ジャパンスーパーコート株式会社

東京都千代田区丸の内1丁目5番1号

(72) 発明者 辻 義行

秋田県秋田市茨島5丁目14番3号 三菱マ

テリアルクォーツ株式会社開発センター内

(72) 発明者 福井 正徳

秋田県秋田市茨島5丁目14番3号 三菱マ

テリアルクォーツ株式会社開発センター内

(74) 代理人 100088719

弁理士 千葉 博史

Fターム(参考) 4G014 AH00

4G077 AA02 BA04 CF10 EG02 HA12

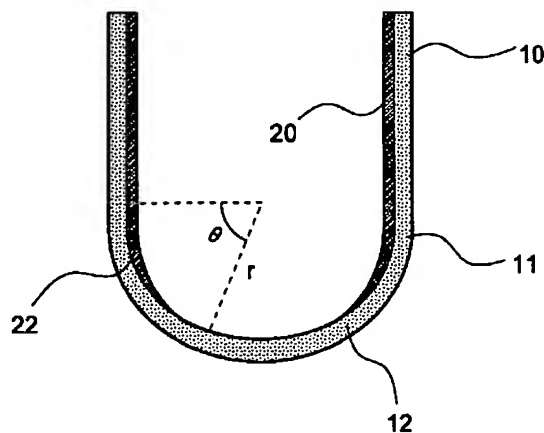
PD05

(54) 【発明の名称】 合成石英によって内表面を部分的に被覆した石英ガラスルツボ

(57) 【要約】

【課題】 単結晶化率の高い石英ガラスルツボを提供する。

【解決手段】 シリコン単結晶の引き上げに用いる石英ガラスルツボにおいて、ルツボの側壁内表面部分または底部内表面部分が合成石英ガラスによって形成されており、残余の内周面部分が天然石英によって形成されていることを特徴とする石英ガラスルツボ。



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 シリコン単結晶の引き上げに用いる石英ガラスルツボにおいて、ルツボの側壁内表面部分または底部内表面部分が合成石英ガラスによって形成されており、残余の内周面部分が天然石英によって形成されていることを特徴とする石英ガラスルツボ。

【請求項 2】 シリコン単結晶の引き上げに用いる石英ガラスルツボにおいて、ルツボの側壁部から湾曲部を含む範囲の内表面部分が合成石英ガラスによって形成されており、底部内表面部分が天然石英ガラスによって形成されていることを特徴とする石英ガラスルツボ。

【請求項 3】 シリコン単結晶の引き上げに用いる石英ガラスルツボにおいて、ルツボの底部から湾曲部を含む範囲の内表面部分が合成石英ガラスによって形成されており、側壁内表面部分が天然石英ガラスによって形成されていることを特徴とする石英ガラスルツボ。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、ルツボの側壁内表面部分または底部内表面部分を合成石英ガラスによって形成すると共に残余の内表面部分を天然石英ガラスによって形成することにより、引き上げ条件に対応してルツボを選択して使用することができるシリコン単結晶引上用石英ガラスルツボに関する。

## 【0002】

【従来の技術】 シリコン単結晶の引き上げ工程において、シリコン融液を入れる石英ガラスルツボが使用されている。この石英ガラスルツボはシリコン融液に不純物が混入しないように高純度であることが求められ、さらにシリコンの融点を上回る高温下で使用されるため、十分な耐熱強度を有することが必要である。この石英ガラスルツボの原料には天然石英と合成石英が用いられており、一般に天然石英は合成石英より純度は低い耐熱強度に優れており、合成石英は天然石英よりも純度が高い。そこで、ルツボの外側部分を天然石英で形成して高温下でのルツボ強度を高め、一方、シリコン融液に接触するルツボ内側部分は合成石英を用いて形成した石英ガラスルツボが知られている（特開昭 55-94098 号公報）。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】 ルツボの外側部分に天然石英を用い、内側部分に合成石英を用いた従来の石英ガラスルツボは、内側の全面が合成石英を原料として形成されている。一方、シリコン単結晶の引き上げ工程において、この石英ガラスルツボは高温下で使用されるが、ルツボの形状や加熱条件によって、ルツボ各部分の温度分布が異なるので内表面の溶損や失透の状態はそれぞれ必ずしも同一ではない。このため、ルツボ内表面の全体を合成石英によって形成したルツボは局部的に内表面部分の溶損程度が大きくなり、これが結晶の乱れを引

き起こし、単結晶化率（収率）を低下したり酸素溶解量（O<sub>i</sub>）を増大する原因になる。近年、シリコン単結晶の引き上げに用いる石英ルツボは次第に大型化しているが、ルツボが大型化して熱負荷が大きくなるのに伴いこのような問題が一層顕著になる傾向がある。

【0004】 本発明は、従来の石英ガラスルツボにおける上記問題を解決したものであり、ルツボの側壁内表面部分または底部内表面部分を合成石英ガラスによって形成する一方、残余の内表面部分を天然石英ガラスによって形成することにより、加熱条件に対応してルツボを選択して使用することができるようにし、シリコン単結晶への酸素溶解量が少なく、かつ優れた単結晶化率を達成することができる石英ガラスルツボを提供するものである。

## 【0005】

【課題を解決する手段】 すなわち、本発明は以下の構成からなる石英ガラスルツボに関する。

（1）シリコン単結晶の引き上げに用いる石英ガラスルツボにおいて、ルツボの側壁内表面部分または底部内表面部分が合成石英ガラスによって形成されており、残余の内周面部分が天然石英によって形成されていることを特徴とする石英ガラスルツボ。

（2）シリコン単結晶の引き上げに用いる石英ガラスルツボにおいて、ルツボの側壁部から湾曲部を含む範囲の内表面部分が合成石英ガラスによって形成されており、底部内表面部分が天然石英ガラスによって形成されていることを特徴とする石英ガラスルツボ。

（3）シリコン単結晶の引き上げに用いる石英ガラスルツボにおいて、ルツボの底部から湾曲部を含む範囲の内表面部分が合成石英ガラスによって形成されており、側壁内表面部分が天然石英ガラスによって形成されていることを特徴とする石英ガラスルツボ。

## 【0006】

【発明の実施の形態】 以下、本発明を図面に示す実施形態に基づいて詳細に説明する。本発明に係る石英ガラスルツボの構成例を図 1 および図 2 に示す。図示するように、本発明の石英ガラスルツボは、シリコン単結晶の引き上げに用いる石英ガラスルツボにおいて、ルツボの側壁内表面部分または底部内表面部分を合成石英ガラスによって形成し、残余の内周面部分を天然石英によって形成したことを特徴とする。

【0007】 具体的には、図 1 の石英ガラスルツボは、ルツボの側壁部 10 から湾曲部 11 を含む範囲の内表面部分が合成石英ガラス 20 によって形成されており、底部 12 の内表面部分が天然石英ガラス 22 によって形成されている。図 2 の石英ガラスルツボは、ルツボの底部 12 から湾曲部 11 を含む範囲の内表面が合成石英ガラス 20 によって形成されており、側壁 10 の内表面部分が天然石英ガラス 22 によって形成されている。

【0008】 このように、本発明の石英ガラスルツボは

ルツボの側壁部 10 または底部 12 の何れかの内表面部分が合成石英によって形成されている。なお、内表面部分とはルツボ内表面から適当な厚さを有する部分を云い、通常は溶損深さ(概ね 0.7~1mm)より僅かに厚い部分であり、その縁部は外側の天然石英部分と段差を生じないように、次第に薄く形成すると共に天然石英を厚くすることにより肉厚を一定にするのが好ましい。また、ルツボ内表面部分のうち合成石英で形成する範囲は、ルツボの側壁部 10 または底部 12 と共に側壁部下端から底部上端に至る湾曲部 11 を各々含むものでも良い。すなわち、側壁部 10 から湾曲部 11 を含む範囲でも良く、あるいは底部 12 から湾曲部 11 を含む範囲でも良い。なお、この湾曲部 11 を含む範囲とは、合成石英で覆われた湾曲部 11 の上端または下端がルツボ側壁部 10 または底部 12 に多少入り込む状態のものをも含む。

【0009】ここで、ルツボの側壁部とは上部開口部分から湾曲部上端に至る部分を云い、湾曲部とはルツボ側壁が任意の曲率で内側に傾斜してルツボ底部に連なる部分を云う。またルツボ底部とは湾曲部の下側部分を云い、具体的にはルツボの下側中央部において、概ねルツボの口径 R に対して 0.5 R~0.8 R の範囲である。因みに、側壁部はいわゆる直胴部分であるが、上部開口部分と同一口径を有する場合に限らず、上方に向かって外開きの傾斜を有する場合も含む。湾曲部の曲率半径 r とその角度  $\theta$  (図参照) は底部に対応する範囲で任意であり、湾曲部 11 および底部 12 の大きさや形状、湾曲状態も限定されない。例えば、丸底ルツボおよび平底ルツボの何れにおいても、ルツボの底部が 0.5 R~0.8 R の範囲であるとき、その外側から湾曲部を経てルツボ側壁部全面に至る内表面部分を合成石英ガラスとしても良く、または、この範囲のルツボ底部内表面部分を合成石英ガラスとし、その外側から湾曲部を経てルツボ側壁部全面の内表面部分を天然石英ガラスとしても良い。あるいは、0.5 R~0.8 R の範囲のルツボ底部と湾曲部を合成石英ガラスとし、湾曲部の上側からルツボ側壁部全面の内表面部分を天然石英ガラスとしても良い。

【0010】図 1 に示す構成例において、合成石英によって覆われない底面部分(天然石英部分)の範囲は、例えば、底面半径  $r'$  の 1/5 程度以上であれば良い。また、図 2 の構成例において、合成石英によって覆われる底部および湾曲分の高さはシリコン融液が引き上げ後に残留する液面程度の高さ以下であれば良い。概ね、この\*

\* 高さは側壁部の高さの約 1/3 以下である。なお、合成石英によって内表面を覆った部分の全体の肉厚と合成石英を設けない部分の肉厚とは実質的に等しく形成するのが好ましい。また、図 1 に示す石英ルツボの底部内表面部分を形成する天然石英部分、および図 2 に示す石英ルツボの側壁内表面部分を形成する天然石英部分は何れの場合もルツボの外側部分を形成する天然石英と一体に形成することができる。

【0011】製造方法としては、例えば、回転モールド法による場合、回転するモールドの内表面に天然石英粉を所定厚さに堆積して、ルツボの外側部分の原形とし、次いで、その内周部分または底面部分に限定して合成石英粉を所定厚さに堆積し、このようにルツボ内周面を部分的に原料石英粉の種類を変えて二層構造としたものをアーク溶融等によって加熱することにより全体を一体にガラス化して石英ガラスルツボを得る。この加熱溶融の際に石英粉層内部をモールド側から吸引し、脱気することにより、溶融ガラス層が実質的に気泡を含まない透明ガラス層にすることができる。なお、ルツボの外周部分はシリコン融液に接触しないので、強度および保温効果を高めるために通常は気泡を多く含む不透明ガラス層に形成される。この他に回転モールド法による製造法としては、従来の方で天然石英によって外周側のルツボを形成した後に、ルツボ内側にアーク炎を挿入し、この炎中に合成石英粉を投入してルツボ内表面に合成石英層を形成して本発明の石英ガラスルツボを製造することができる。

【0012】さらに、上記以外の製造方法としては、例えば、ルツボの外形部分を天然石英によって半溶融状態に形成し、合成石英によって予め筒型に形成した側壁内表面部分をこの内側に嵌め合わせ、または、合成石英によって予め皿形に形成した底部内周面部分をルツボ外形部分の底部に嵌め合わせ、半溶融状態またはガラス化した側壁内表面部分ないし底部内表面部分を外側の外形部分と共に加熱溶融してガラス化し、一体化することによって本発明の石英ガラスルツボを得ることができる。

【0013】

【実施例】以下、実施例によって本発明を具体的に示す。なお、各例において使用した石英ガラスルツボの性状は表 1 のとおりである。

【0014】

【表 1】

ルツボの種類	内側全面合成石英	部分合成石英	全体天然石英
外径寸法	550mm	550mm	外周部と内周部の両部分が天然石英: 層厚 12mm
外周天然石英の層厚	8mm	8mm	
内周部分			
合成石英部分	側壁部と底部の全面	底部と側壁部的一方	
合成石英の層厚	4mm	4mm	

【0015】【実施例 1】ルツボの側壁部に面する部分 50 にヒータを有する単結晶引き上げ装置に上記 3 種類(全

面合成石英ルツボ、全面天然石英ルツボ、底部合成石英ルツボ)の石英ガラスルツボを設置して同条件下でシリコン単結晶の引き上げを行った。この結果を表2に示した。各数値は5回の平均値である。なお、底部合成石英ルツボは図2に示す構成を有するものを用いた。表2に示すように、内表面全体を合成石英で覆ったルツボは、ルツボ側壁部および底部の失透面積は少ないものの、溶損量が多く、従って単結晶化率が低い。また、全体を天\*

ルツボの種類	全面合成石英	底部のみ合成石英	全体天然石英
引上個数	5個	5個	5個
底部失透面積	10%	10%	70%
側壁部失透面積	5%	50%	5%
溶損速度( $\text{g}\cdot\text{cm}^{-2}\cdot\text{hr}$ )	$5.0\times 10^{-3}$	$2.5\times 10^{-3}$	$2.0\times 10^{-3}$
単結晶化率	40%	75%	35%
酸素溶解量(OI)	溶解量多く、規格外	規格内	規格内
総合評価	不可	良好	不可

【0017】〔実施例2〕ルツボの底部に面する部分にヒータを有する単結晶引き上げ装置を用い、底部合成石英ルツボに代えて側壁部を合成石英で覆ったルツボを用いた他は実施例1と同様にしてシリコン単結晶の引き上げを行った。この結果を表3に示した。各数値は5回の平均値である。なお、側壁部合成石英ルツボは図1に示す構成を有するものを用いた。表3に示すように、内表面全体を合成石英で覆ったルツボは、ルツボ側壁部および底部の失透面積は少ないものの、溶損量が多く、従っ※

ルツボの種類	全面合成石英	側壁部のみ合成石英	全体天然石英
引上個数	5個	5個	5個
底部失透面積	5%	75%	75%
側壁部失透面積	10%	15%	60%
溶損速度( $\text{g}\cdot\text{cm}^{-2}\cdot\text{hr}$ )	$5.0\times 10^{-3}$	$2.5\times 10^{-3}$	$2.0\times 10^{-3}$
単結晶化率	40%	75%	35%
酸素溶解量(OI)	溶解量多く、規定外	規定内	規定内
総合評価	不可	良好	不可

【0019】

【発明の効果】本発明の石英ガラスルツボは、シリコン単結晶を引き上げる際に、実施例に示すように、加熱条件に対応して適切な原料構成のルツボを用いることにより優れた単結晶化率を達成することができる。具体的には、加熱源に近接する部分の内表面が天然石英によって形成され、残余の部分が合成石英によって形成されている石英ガラスルツボを用いることにより、加熱源に近接する部分の溶損を抑制して単結晶化率を高めることがで

\* 然石英によって形成したルツボは、溶損量は少ないが底部の失透面積が大きく、単結晶化率が最も低い。一方、底部内表面を合成石英で覆ったルツボ(本発明品)は、底部と側壁部の失透面積および溶損量が全面天然石英のルツボと全面合成石英のルツボの間であり、これらの総合的な結果として最も単結晶化率が高い。

【0016】

【表2】

※ 単結晶化率が低い。また、全体を天然石英によって形成したルツボは、溶損量は少ないが側壁部の失透面積が大きく、単結晶化率が最も低い。一方、側壁部内表面を合成石英で覆ったルツボ(本発明品)は、底部と側壁部の失透面積および溶損量が全面天然石英のルツボと全面合成石英のルツボの間であり、これらの総合的な結果として最も単結晶化率が高い。

【0018】

【表3】

きる。因みに天然石英部分は溶損量が少ないので含有されている不純物の影響も最小限に抑えることができる。

【図面の簡単な説明】

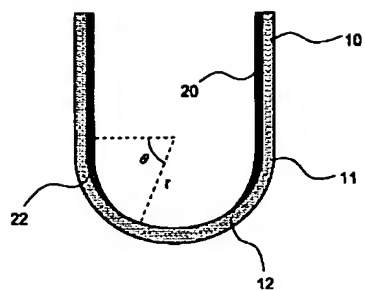
【図1】本発明に係る石英ルツボの縦断面模式図

【図2】本発明の他の構成例を示す石英ルツボの縦断面模式図

【符号の説明】

10-側壁部、11-湾曲部、12-底部、20-合成石英、22-天然石英

【図1】



【図2】

